

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

③

(11)Publication number : 2003-096549

(43)Date of publication of application : 03.04.2003

(51)Int.Cl.

C22F 1/06
B21C 23/00
B21J 5/00
C22C 23/02
C22C 23/04
// B21J 5/06
C22F 1/00

(21)Application number : 2001-291260

(71)Applicant : AZUMA KENJI
YKK CORP

(22)Date of filing : 25.09.2001

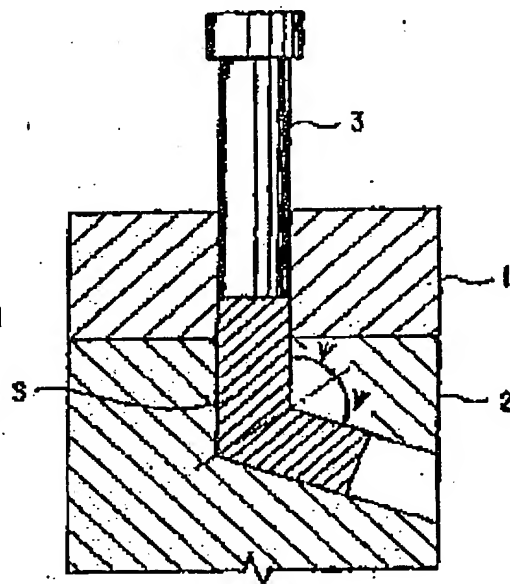
(72)Inventor : AZUMA KENJI
NAGAHORA JIYUNICHI

(54) ALLOY WITH EXCELLENT MECHANICAL PROPERTY AND IMPACT DUCTILITY, AND ITS MANUFACTURING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide, at a low cost, an alloy and a formed article both having excellent mechanical strength, elongation, deformability and high-speed impact energy absorptivity.

SOLUTION: When warm plastic working is applied to the alloy, crystals are refined to about $\leq 10 \mu\text{m}$ by means of shear deformation when changing the direction of extrusion to the lateral side at $< 180^\circ$ interior angle and, simultaneously, the hcp (0001) face as a preferred slip system is oriented in parallel to a shear face (with a gradient in the direction of extrusion) to control strength and elongation to a high degree. Moreover, heat treatment is applied to the resultant laterally extruded material, and further, a combined function of ordinary extrusion and lateral extrusion is provided to the one and the same die. By this method, elongation, deformability and impact absorptivity can be provided to the billet of the alloy.



BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2003-96549
(P2003-96549A)

(43) 公開日 平成15年4月3日 (2003. 4. 3)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームト [*] (参考)
C 2 2 F 1/06		C 2 2 F 1/06	4 E 0 2 9
B 2 1 C 23/00		B 2 1 C 23/00	A 4 E 0 8 7
B 2 1 J 5/00		B 2 1 J 5/00	D
C 2 2 C 23/02		C 2 2 C 23/02	
23/04		23/04	

審査請求 未請求 請求項の数18 O L (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2001-291260 (P2001-291260)

(22) 出願日 平成13年9月25日 (2001. 9. 25)

(71) 出願人 591212523

東 健司

大阪府富田林市寺池台3-4-9

(71) 出願人 000006828

ワイケイ株式会社

東京都千代田区神田和泉町1番地

(72) 発明者 東 健司

大阪府富田林市寺池台3-4-9

(72) 発明者 永洞 純一

宮城県仙台市泉区将監12丁目9-3

(74) 代理人 100078994

弁理士 小松 秀岳 (外4名)

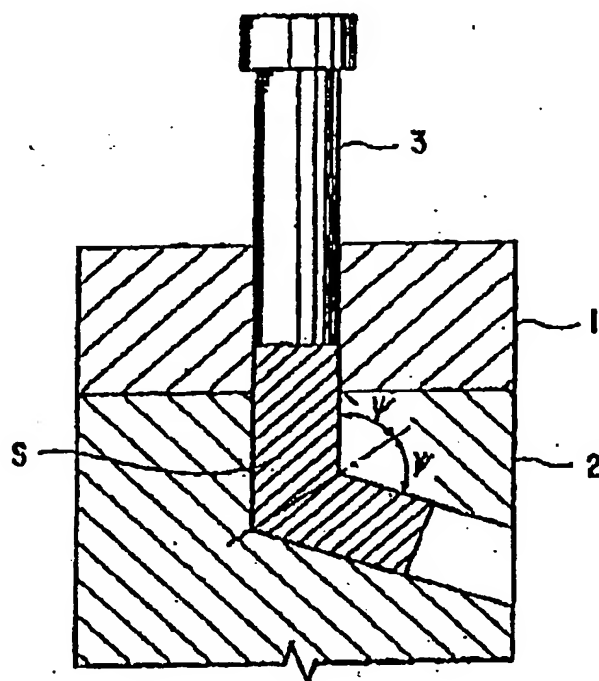
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 機械的性質及び衝撃延性に優れた合金及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 機械的強度、伸び、変形能、高速衝撃エネルギー吸収に優れた合金及び成形品を低コストで提供する。

【解決手段】 温間で合金に塑性加工を与える際、押出方向を内角180°未満で側方に変化させるときの剪断変形によって、結晶を10μm程度以下に微細化させると同時に、優先すべり系であるh c p (0001)面を剪断面に平行に(押出方向に傾斜して)配向させ強度、伸びを高度に制御し、また、これらの側方押出材に熱処理を加え、また、通常の出出と側方押出の機能を同一金型に持たせることにより、合金素材に伸び、変形能、衝撃吸収能を与える。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】塑性加工時の動的回復及び／または動的再結晶によって結晶粒径を制御、集合組織を制御することを特徴とする機械的性質及び衝撃延性に優れた合金の製造方法。

【請求項 2】塑性加工が、押出比 1 以上で押出方向を内角 180° 未満で側方に変化させ被加工材に剪断変形を与える工程を少なくとも 1 パスで行う請求項 1 に記載の合金の製造方法。

【請求項 3】塑性加工が、押出比 1 以上で押出金型内の少なくとも 1箇所 で押出方向を内角 180° 未満で変化させて被加工材に剪断変形を加え、形材を少なくとも 1 パスで製造する請求項 1 に記載の合金の製造方法。

【請求項 4】塑性加工によって、結晶粒径を制御することによって機械的強度を向上させ、同時に集合組織を制御することによって延性、変形能、衝撃延性を改善する請求項 1、2 又は 3 に記載の合金の製造方法。

【請求項 5】塑性加工において、押出比 1 以上で押出方向を内角 180° 未満で側方に変化させ被加工材に剪断変形を与える工程を少なくとも 1 パスの加工工程によって、h c p 構造であるマグネシウム合金の結晶格子の (0001) 面を押出方向または形材の長軸方向に対し、実質的または優先的に傾斜配向させ及び／または断面内 (押出方向に直角面) にはランダムに制御することにより、機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金の製造方法。

【請求項 6】塑性加工において、押出比 1 以上で押出成形する際、押出金型内で少なくとも 1 カ所 で押出方向を内角 180° 未満で変化させて被加工材に剪断変形を加え、形材を 1 パスで製造する加工工程によって、h c p 構造であるマグネシウム合金の結晶格子の (0001) 面を押出方向または形材の長軸方向に対し、実質的または優先的に傾斜配向させ及び／または断面内 (押出方向に直角面) にはランダムに制御、または 3 次的にランダムに制御することにより、機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金の製造方法。

【請求項 7】塑性加工において、加工温度を 100～500℃ の範囲で行う請求項 5 又は 6 に記載のマグネシウム合金の製造方法。

【請求項 8】塑性加工後、更に熱処理を加え延性、特に衝撃延性を改善する請求項 5 又は 6 に記載のマグネシウム合金の製造方法。

【請求項 9】塑性加工後の熱処理を 100～450℃ の温度、0.2～24 時間の範囲で行うことを特徴とする請求項 8 に示すマグネシウム合金の製造方法。

【請求項 10】塑性加工による結晶粒径及び集合組織の組織制御を行うにあたり、出発材が鋳造材或いは鋳造材を塑性加工の予備処理を行った材料である請求項 5 又は 6 に記載のマグネシウム合金の製造方法。

【請求項 11】平均結晶粒径が 0.5～20 μm の範囲

で、且つ母相の結晶格子において、その特定の結晶面が主応力方向に対し配向していることを特徴とする機械的性質及び衝撃延性に優れた合金。

【請求項 12】平均結晶粒径が 0.5～20 μm の範囲で、且つマグネシウム母相の結晶格子の (0001) 面が部材の主応力方向に対し配向していることを特徴とするマグネシウムを主元素とする機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金。

【請求項 13】マグネシウムを主元素とし、Al 元素を 1.0～9.2 重量%、Zn 元素を 0.2～1.5 重量%、Mn 元素を 0.2 以上または 0.1～0.4 重量%、その他の元素合計が 1 重量% 以下であり、平均結晶粒径が 0.5～5 μm の範囲で、マグネシウム母相の結晶格子の (0001) 面が部材の主応力方向に対し、実質的にまたは優先的に 30～60° の範囲で傾斜して配向またはランダムに配向することを特徴とする機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金。

【請求項 14】マグネシウムを主元素とし、Al 元素を 1.0～9.2 重量%、Zn 元素を 0.2～1.5 重量%、Mn 元素を 0.2 以上または 0.1～0.4 重量%、その他の元素合計が 1 重量% 以下であり、平均結晶粒径が 6～20 μm の範囲で、マグネシウム母相の結晶格子の (0001) 面が部材の主応力方向に対し、実質的にまたは優先的に 30～60° の範囲で傾斜して配向またはランダムに配向することを特徴とする機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金。

【請求項 15】マグネシウムを主元素とし、Zn 元素を 0.75～6.2 重量%、Zr 元素を 0.4～1.0 重量%、その他の元素合計が 1 重量% 以下であり、平均結晶粒径が 0.5～5 μm の範囲で、マグネシウム母相の結晶格子の (0001) 面が部材の主応力方向に対し、実質的にまたは優先的に 30～60° の範囲で傾斜して配向またはランダムに配向することを特徴とする機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金。

【請求項 16】マグネシウムを主元素とし、Zn 元素を 0.75～6.2 重量%、Zr 元素を 0.4～1.0 重量%、その他の元素合計が 1 重量% 以下であり、平均結晶粒径が 6～20 μm の範囲で、マグネシウム母相の結晶格子の (0001) 面が部材の主応力方向に対し、実質的にまたは優先的に 30～60° の範囲で傾斜して配向またはランダムに配向することを特徴とする機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金。

【請求項 17】引っ張り強度が 250 MPa 以上、伸び 30% 以上である請求項 13 又は 15 に記載の機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金。

【請求項 18】引っ張り強度が 250 MPa 以上、伸び 40% 以上である請求項 14 又は 16 に記載の機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、塑性加工（特に温間塑性加工）によって合金の結晶微細化をはかると共に、合金の集合組織を制御することによって、変形能及び衝撃特性を改善する方法及び機械的性質、衝撃延性に優れた合金に関する。

【0002】

【従来の技術】例えば、マグネシウム合金は、室温における延性、加工性、衝撃延性が低いなどの理由により、展伸材、特に押出材材としての研究または実用化が遅れている。従来、合金の展伸材としての加工は圧延や押出等によって行われるが、マグネシウム合金の場合、その結晶構造（稠密六方晶：hcp）に由来して、室温における変形が困難である。高温になると変形が可能になるが、十分な変形が可能な温度では機械的性質が劣化し、従来の加工硬化を利用した十分な機械的性質の強化ができず、また、圧延、押出による加工ではやはり結晶構造に由来して、加工組織に異方性が生じる傾向が強く、2次元、3次元的な応力または変形が発生または要求される部材への応用には限界があった。

【0003】これらの理由により、マグネシウム合金の利用は鋳造法、固液共存領域における射出成形などによって製造される部材に限られているのが現状であり、強度、延性、特に衝撃的な応力による変形、変形能が要求される部材には利用できない。

【0004】本発明者等はこれまで押出方向を内角180°未満で側方に変化させることにより、材料に剪断変形を与えると同時に動的回復、動的再結晶によって結晶粒径を微細に制御してマグネシウム合金の高強度化を図れる方法を発明し、特許出願を行ってきた（特開2000-271631、271693、271695）。この結晶微細化、高強度化の機構は適当な条件を選べば、圧延、押出においても可能な場合がある。

【0005】また、押出比1以上、好ましくは押出比1で押出方向を側方に変化させる方法の1例はECAE（Equal Channel Angular Extrusion）法として知られており、歪みを無限に付加できる優れた方法である。しかし、ECAE法は基本的にバッチ処理であるとともに、多数回の押出が必要なため、製造コストがかさむ原因となる欠点がある。更にECAE法は押出比1であるため、押出材の直径が50mm以上となると押出回数が少なくなると加工組織が不均一になりやすい。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記の方法をさらに究明し、結晶粒径の制御と共に結晶の集合組織を制御することによって、強度、延性に優れ、特に衝撃的な応力下で利用できる合金及びその製造方法を提供する、更には2次元、3次元的に種々の物性が等方的である合金及びその製造方法を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、下記の構成よ

りなる。

【0008】（1）塑性加工時の動的回復及び／または動的再結晶によって結晶粒径を制御、集合組織を制御することを特徴とする機械的性質及び衝撃延性に優れた合金の製造方法。

【0009】（2）塑性加工が、押出比1以上で押出方向を内角180°未満で側方に変化させ被加工材に剪断変形を与える工程を少なくとも1パスで行う前記（1）に記載の合金の製造方法。

【0010】（3）塑性加工が、押出比1以上で押出金型内の少なくとも1箇所押出方向を内角180°未満で変化させて被加工材に剪断変形を加え、形材を少なくとも1パスで製造する前記（1）に記載の合金の製造方法。

【0011】（4）塑性加工によって、結晶粒径を制御することによって機械的強度を向上させ、同時に集合組織を制御することによって延性、変形能、衝撃延性を改善する前記（1）、（2）又は（3）に記載の合金の製造方法。

【0012】（5）塑性加工において、押出比1以上で押出方向を内角180°未満で側方に変化させ被加工材に剪断変形を与える工程を少なくとも1パスの加工工程によって、hcp構造であるマグネシウム合金の結晶格子の（0001）面を押出方向または形材の長軸方向に対し、実質的または優先的に傾斜配向させ及び／または断面内（押出方向に直角面）にはランダムに制御することにより、機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金の製造方法。

【0013】（6）塑性加工において、押出比1以上で押出成形する際、押出金型内で少なくとも1カ所押出方向を内角180°未満で変化させて被加工材に剪断変形を加え、形材を1パスで製造する加工工程によって、hcp構造であるマグネシウム合金の結晶格子の（0001）面を押出方向または形材の長軸方向に対し、実質的または優先的に傾斜配向させ及び／または断面内（押出方向に直角面）にはランダムに制御、または3次元的にランダムに制御することにより、機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金の製造方法。

【0014】（7）塑性加工において、加工温度を100～500℃の範囲で行う前記（5）又は（6）に記載のマグネシウム合金の製造方法。

（8）塑性加工後、更に熱処理を加え延性、特に衝撃延性を改善する前記（5）又は（6）に記載のマグネシウム合金の製造方法。

【0015】（9）塑性加工後の熱処理を100～450℃の温度、0.2～24時間の範囲で行うことを特徴とする前記（8）に示すマグネシウム合金の製造方法。

【0016】（10）塑性加工による結晶粒径及び集合組織の組織制御を行うにあたり、出発材が鋳造材或いは鋳造材を塑性加工の予備処理を行った材料である前記

(5) 又は (6) に記載のマグネシウム合金の製造方法。

【0017】(11) 平均結晶粒径が $0.5 \sim 20 \mu\text{m}$ の範囲で、且つ母相の結晶格子において、その特定の結晶面が主応力方向に対し配向していることを特徴とする機械的性質及び衝撃延性に優れた合金。

【0018】(12) 平均結晶粒径が $0.5 \sim 20 \mu\text{m}$ の範囲で、且つマグネシウム母相の結晶格子の (0001) 面が部材の主応力方向に対し配向していることを特徴とするマグネシウムを主元素とする機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金。

【0019】(13) マグネシウムを主元素とし、Al 元素を 1.0~9.2 重量%、Zn 元素を 0.2~1.5 重量%、Mn 元素を 0.2 以上または 0.1~0.4 重量%、その他の元素合計が 1 重量%以下であり、平均結晶粒径が $0.5 \sim 5 \mu\text{m}$ の範囲で、マグネシウム母相の結晶格子の (0001) 面が部材の主応力方向に対し、実質的にまたは優先的に $30 \sim 60^\circ$ の範囲で傾斜して配向またはランダムに配向することを特徴とする機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金。

【0020】(14) マグネシウムを主元素とし、Al 元素を 1.0~9.2 重量%、Zn 元素を 0.2~1.5 重量%、Mn 元素を 0.2 以上または 0.1~0.4 重量%、その他の元素合計が 1 重量%以下であり、平均結晶粒径が $6 \sim 20 \mu\text{m}$ の範囲で、マグネシウム母相の結晶格子の (0001) 面が部材の主応力方向に対し、実質的にまたは優先的に $30 \sim 60^\circ$ の範囲で傾斜して配向またはランダムに配向することを特徴とする機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金。

【0021】(15) マグネシウムを主元素とし、Zn 元素を 0.75~6.2 重量%、Zr 元素を 0.4~1.0 重量%、その他の元素合計が 1 重量%以下であり、平均結晶粒径が $0.5 \sim 5 \mu\text{m}$ の範囲で、マグネシウム母相の結晶格子の (0001) 面が部材の主応力方向に対し、実質的にまたは優先的に $30 \sim 60^\circ$ の範囲で傾斜して配向またはランダムに配向することを特徴とする機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金。

【0022】(16) マグネシウムを主元素とし、Zn 元素を 0.75~6.2 重量%、Zr 元素を 0.4~1.0 重量%、その他の元素合計が 1 重量%以下であり、平均結晶粒径が $6 \sim 20 \mu\text{m}$ の範囲で、マグネシウム母相の結晶格子の (0001) 面が部材の主応力方向に対し、実質的にまたは優先的に $30 \sim 60^\circ$ の範囲で傾斜して配向またはランダムに配向することを特徴とする機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金。

【0023】(17) 引っ張り強度が 250 MPa 以上、伸び 30% 以上である前記 (13) 又は (15) に記載の機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金。

(18) 引っ張り強度が 250 MPa 以上、伸び 40% 50

以上である前記 (14) 又は (16) に記載の機械的性質及び衝撃延性に優れたマグネシウム合金。

【0024】本発明の第 1 は結晶微細化と同時に行う加工組織 (集合組織) の制御 (利用) によって強度、延性、靱性、変形能を改善する方法である。

【0025】本発明は、更に詳細に研究を実施してきた結果、側方に押出方向を変化させる方法は方向変化の角度に応じて、加工材の押出方向 (長軸方向) に対して合金に特有の結晶の優先すべり系 (面) が一定の角度で配向されることが分かった。例えば、方向の変化が 90° の場合、アルミニウム合金では (111) 面が、マグネシウム合金の場合 (0001) 面が押出方向に対して約 45° の方向に平行に配向される。特にマグネシウム合金の場合、優先すべり系 (0001) 面が形材 (パイプ状、異形状を含む) の長軸方向に対して約 45° 方向へ配向していることは、押出方向に引っ張り応力を加えたとき、すべり系が最大剪断応力方向に対し平行に配向しているため、伸び、靱性、変形能が著しく改善されることを発見し本発明に至った。類似の挙動が圧延、押出においても現れるが、圧延の場合、優先すべり系は圧延面に平行に、押出の場合押出方向に配向するため、押出方向を変化させ、優先すべり系を傾斜して配向した場合に比べその効果は小さい。

【0026】本発明第 1 による側方押出は、できるだけ低温で行うことが好ましい。しかしながら、合金の変形抵抗は低温になるほど高く、変形能は低温ほど小さくなる傾向がある。押出工具の強度の関係、健全な押出材を得るためにはある程度の温度が必要である。また、結晶微細化という観点からは、動的回復、動的再結晶を伴う必要があり、通常合金によって異なる適切な温度で実施される。一般的なマグネシウム合金においては 400°C 以下、好ましくは合金の再結晶温度以下、更に好ましくは回復温度以下で行われる。しかし、この回復温度、再結晶温度は、材料に加えられる加工度によって変化する。また、押出温度は押出角度によっても異なり、角度が大きくなるほど低温で可能となる。これは押出で剪断変形に要するエネルギーが小さくなることと、材料の変形能による制約が緩和されるからである。通常は 90° ないし 90° 以上で行われる。

【0027】この加工によって、材料はコンテナとダイの接合部 (屈曲部) で剪断変形を受け、図 4 に示す剪断面に沿って hcp 結晶格子の底面 (0001) 面が配向する (即ち、接合内角が 90° の場合、押出方向に対して 45° 方向に配向する)。押出を繰り返す際に、押出素材の導入方向を逆転及び回転させることによって、剪断方向が変わり、滑り帯は交差して分断、微細化するが結晶底面の配向は基本的に変わらない。また、歪みの蓄積に伴い、転位密度が増加し、セル構造と呼ばれる加工組織特有の転位の網目構造 (セル: サブミクロン単位の転位の壁に囲まれた転位のない領域) を形成する。加

工温度に応じてある程度の厚みを持ったセルの壁（多数の転位からなる）は加工中に転位の再配列によって、壁の厚みを減少する形で転位密度を減少（回復）させる。このようにして、理論的にはセル構造と同等のサイズの結晶粒径の材料を製造することができる。しかしながら、転位密度があまり増大しすぎると変形抵抗が増大すると共に、変形能が低下し、健全な押出材を得ることができないため、工業的な方法としては前述の最適な押出温度がとられる。このようにして得られる組織は比較的転位密度の小さい、しかも押出方向に対しh c p底面が傾斜して配向した、5 μ m以下の微細な等軸晶からなる組織が得られる。このような組織によって強度、伸びともに押出材の値を著しく上回ることができる。押出材と強度が同等である場合は、伸びは著しく改善できるし、伸びを同程度にすれば強度を著しく改善できる。また、この側方押出材を通常の圧延または押出用素材として用いることができ、側方押出の効果を利用できる。

【0028】本発明の第2は、従来の押出とE C A Eを組み合わせ、同一金型内で押出による断面減少と押出方向を少なくとも1回変化させ、最終形状の形材を1回の工程によって製造する方法を低コストで提供する。これによれば、通常少なくとも4回の押出、更に形状を付加するための工程が必要なE C A E法に対して、1回の押出によって最終形状を得ることができると共に、押出による断面減少（歪み）とE C A E効果（集合組織の適切な配向）を併せ持った性能が得られる。この場合、押出が一回であるにもかかわらず肉厚を10mm以内に抑えることによって、形材の長手方向あるいは断面方向の組織の不均一性は無視できる。

【0029】第2の方法は側方押出を押出と組み合わせ、より工業的な手法として改善された方法であって、図2に示す方法である。押出は前述したように、加工が同一方向への連続的断面減少のみであるため、h c p結晶格子の底面が押出方向（形材の長軸方向）に対し、平行に配向するため、押出方向と押出方向に垂直な方向では機械的性質に異方性が生じる。そのため、押出によっても相当伸び10,000%（押出比100）の歪みを与えることは可能であるが、引っ張り試験による伸びは側方押出法のそれに劣るのが普通である。また、側方押出は合金素材の直径が大きくなるほど、少ない押出回数では押出材の断面方向の不均一を招きやすい。この両者の欠点を補完し、且つ低コストで目的の形材を得る方法として考案したのが、図2の方法である。図2に示す金型構成例は角形もしくは円形の筒の製造に用いることができ、外形を成形し、合金素材のコンテナを兼ねる金型1と内形を成形する金型2から構成される。合金素材は金型1のコンテナ部分に挿入され、ステムによって金型2方向へ押出される。合金素材はまず金型2に突き当たり、剪断面1で剪断変形を受け、側方（外部方向）へ曲げられる。ここで、剪断変形の他に断面減少を加えるこ

とが可能である。さらに押出が継続されると材料は剪断面2で2回目の剪断変形を受けて押出方向へ方向を変えて押し出される。ここでも、押出材は断面積を変化させることができる。ここで、注目すべきことは剪断変形が1回目と2回目で反対方向に行われることと、一回の押出で求められる形材の最終形状が得られることである。方向変換がそれぞれ90°の場合、前述の側方押出の歪み計算によれば、方向変換が2回で歪み量2.3（相当歪み900%）で押出比10程度の歪みを得たことになる。この歪みに加え、押出比を任意に変化させることができるため、実用上十分な歪み量と押出方向に対してh c p底面が斜め（方向変換が90°の場合、押出方向に対して45°）に配向した組織が得ることができる。この押出手法は角形、円形、その他の異形の中空部材に加え、種々の形状の中実部材に適用できることは自明である。本発明2で製造された形材は強度、延性、変形能、衝撃延性に優れた性質を持っている。同等の性能の形材は当然側方押出を加えた合金素材を押し出すことによって製造できるが、本発明は低コストで実現できることが特徴である。

【0030】上記第1、2の方法は好ましくは加工組織の再結晶温度以下、更に好ましくは回復温度以下で行われる。しかし、材料の変形抵抗は加工温度が低いほど大きくなるため、実際には製造しようとする材料要求特性、加工コストに合わせて最適な条件が選ばれる。通常100~500℃、AZ系、ZK系では150~400℃の範囲で行われる。500℃を超えても若干の強度低下は伴うが加工組織の制御の効果は利用できる。

【0031】より具体的には、鑄造で製造された合金、特にマグネシウム合金にある程度以上の塑性変形（歪み）を加え、マトリックス（母相）の平均結晶粒径を20 μ m以下にすることによって機械的性質を改善し、同時に塑性変形を加える際に少なくとも1カ所で材料の塑性流動方向を変化させることによって剪断変形を加え、加工方向または材料の長軸方向に対し特定の結晶面、特にマグネシウム合金の場合、h c p結晶格子の底面、（0001）面を実質的または優先的に傾斜して配向させることによって延性、成形性を改善する方法と更に塑性変形後の熱処理によって平均結晶粒径を1~30ミクロンに調整し、変形能、衝撃延性を改善する方法である。

【0032】そして具体的な合金としてはMg-Al-Zn系（AZ系）、Mg-Zn-Zr系（ZK系）などマグネシウム合金一般に有用に適用できる。これらのマグネシウム合金にSc、Zr、Ti、Cr、Mn、Si、Ca、Y、Ce等を少なくとも一種5wt%以下の範囲で含んでいると更に好ましい。

【0033】本発明の第3は、本発明第1、2で製造した形材に熱処理を加えることによって更なる延性、変形能、特に衝撃延性を改善する方法である。本発明の第1

及び第 2 の方法で製造された型材の組織は等軸晶で且つ平均結晶粒径は 250℃以下の押出では 5 μm 以下に調整されている。このままでも、同一合金の最適押出条件で製造された押出型材に比べて強度、伸びは大きく上回っているが、更に 100～450℃の温度範囲で 0.2～24 時間の熱処理を加えると結晶粒径は押出材と同等の大きさ程度まで成長し、強度は押出材程度まで低下するものの、伸びは大幅に改善される。例えば、AZ31 合金の EC AE 材は 0.5～1 μm の粒径であるが、300℃×24 時間の熱処理で平均結晶粒径 15 μm となり、伸びは EC AE 材の 1.5 倍、押出材の 2 倍程度 (～50%) まで増大する。圧延材、押出材では集合組織の配向が適切でないため、このような伸びの大幅な改善は見られない。このような本発明の方法で製造された型材は 2 次元、3 次元的な成形 (型鍛造、パルジ成形等) を加える素型材や、自動車等の高速衝撃吸収用部材として適当である。

【0034】マグネシウム合金の実用に際して、難加工性、伸び、靱性、衝撃特性の短所が指摘されていることから、伸び、靱性、変形能の著しい改善はマグネシウム合金の展伸材としての用途拡大に大きく寄与する。

【0035】本発明の第 1 及び第 2 の手法について詳しく説明すると、まず、第 1 の発明は側方押出であって、

$$\Delta \varepsilon_i = 2 / (3)^{1/2} \cdot \cotan \phi \quad \dots \dots (1)$$

$$ERR = A0 / A = \exp (\Delta \varepsilon_i) \quad \dots \dots (2)$$

$$EAR = (1 - 1 / ERR) \times 100 \quad \dots \dots (3)$$

$$EE = (ERR - 1) \times 100 \quad \dots \dots (4)$$

(但し、 $\Delta \varepsilon_i$ は歪み量、 ϕ は接合内角の 1/2、ERR は加工前後の面積比、A0 は加工前の断面積、A は加工後の断面積、EAR は加工前後の相当断面減少率、EE は相当歪み (伸びと同義) を表す。)

即ち、2 つのコンテナまたはコンテナとダイとの接合内角が直角 (90°) の場合、1 回の押出で歪み量は 1.15 (相当伸び: 220%)、120° で 0.67 (95%) が与えられる。

【0038】このプロセスを繰り返すことによって、材料の断面積を変えずに材料中に無限に歪みを加えることができる。その繰り返しによって材料に与える積算歪み量 ε_t は下記式 (5) で与えられる。

$$\varepsilon_t = \Delta \varepsilon_i \times N \quad \dots \dots (5)$$

(但し、 ε_t は積算歪み量、N は押出回数)

この繰り返し回数 N は理論的には多い程良いが、実際には合金によってある繰り返し数でその効果に飽和が見られる。一般の展伸用合金素材では繰り返し数 4 回 (接合内角 90° の場合、積算歪み量 4.6、相当伸び 10,000%) で十分効果を得ることができる。圧延、押出によっても無限に歪みを加えることができるが、その場合、断面積は無限に小さくなり、この点が側方押出とは対照的である。

図 1 に示すように、内面で同一断面積を持つ 2 つの押出コンテナまたはコンテナ 1 とダイ 2 を 180° 未満の適当な角度 (2φ) で接合し、一方のコンテナ 1 に合金素材 S を挿入し、ラム 3 によって次のコンテナまたはダイ 2 に向けて押出し、材料に側方方向の剪断変形を加える方法であり、好ましくはこの工程を複数回行う。この方法によれば合金素材によって適切な条件を選ぶことにより、非常に単純な工程で、しかも断面積を減少させずに容易に平均結晶粒径を 1 μm 以下に微細化することができ、しかも従来の加工硬化による強度を上回る強化ができると同時に、延性、靱性を大きく改善できる。また、そのプロセスは、鑄造組織、合金成分のマクロ、ミクロの偏析の破壊、均質化にも効果を持っており、合金素材では一般に行われている高温、長時間の均質化処理を省略することもできる。さらに、たとえダイ 2 において断面減少をとっても、その効果は変わらない。

【0036】側方押出法で合金素材に加えられる剪断変形量は、2 つのコンテナまたはダイとの接合角度によって異なる。一般に、このような剪断変形による押出 1 回あたりの歪み量 $\Delta \varepsilon_i$ は下記式 (1) で与えられる。

【0037】

$$\Delta \varepsilon_i = 2 / (3)^{1/2} \cdot \cotan \phi \quad \dots \dots (1)$$

$$ERR = A0 / A = \exp (\Delta \varepsilon_i) \quad \dots \dots (2)$$

$$EAR = (1 - 1 / ERR) \times 100 \quad \dots \dots (3)$$

$$EE = (ERR - 1) \times 100 \quad \dots \dots (4)$$

【0040】以上のように、本発明によって製造される材料及び型材は従来の加工硬化だけではなく、等軸晶で且つ結晶粒径 5 μm (発明 1) 以下または 30 ミクロン (発明 2) 以下と結晶の微細化と、結晶底面を最大剪断応力方向に平行に優先配向している等の結果として、強度、延性、変形能、衝撃特性に優れている。しかし、結晶微細化による効果として、変形時の応力集中緩和も重要である。マグネシウム合金は室温では変形時に双晶を発生することによって、応力を緩和して変形する。歪み速度 10³/sec レベルの衝撃的荷重が加わった場合、100 ミクロン程度の結晶粒径では双晶界面に応力集中を起こして早期に破断してしまい、結果的に塑性歪みを減じてしまうが、数ミクロン程度に調整された材料ではこの効果は少なく、塑性歪みを高いレベルで維持することができる。

【0041】

【発明の実施の形態】次に、実施例及び比較例によって本発明を具体的に説明する。

実施例 1

マグネシウム合金 AZ31 合金 (Mg-3Al-1Zn-0.2Mn, wt %) の鑄造材を φ20×90 (mm) (ピレット) に調製し、概念的に図 1 に示す装置を用い、内角 90°、押出比 1、押出温度 200℃、押出速度 (ラム速度) 1 m.

m/秒で8回の側方押出を行った。一回ごとにピレットの挿入方向を逆転させると共に90°づつ回転を加えながら、全域に均一に加工が加わるように工夫した。

【0042】加工前後の光学顕微鏡組織を図3に示す。図3に示すように加工熱処理前の押出用素材(展伸材)の結晶粒は等軸晶からなり、平均結晶粒径は約15μmであったのに対して、ECAC後の側方押出材も等軸晶からなり、その平均結晶粒径は約1μmに微細化されていた。この側方押出材をX線回折によって評価した結果を図4に示す。図4(イ)に示すように押出方向に平行な面から測定した結果と直角な面から測定した結果

(ロ)(回折プロファイル)は実質的に同等であり、少なくとも2方向に対しては結晶方位分布に違いはないことを示している。これは、図4(イ)に示すように側方押出によって90°側方に剪断を受ける際、図4(ハ)に示す結晶方位が剪断面に対して平行にhcp結晶の底面(0001)面が優先的に配向する結果、押出方向に対して(0001)面が45°傾斜していることを示している。この押出材の機械的性質を測定した。引っ張り強度は歪み速度 10^{-3} /秒で320MPa、伸び30%、歪み速度 2×10^3 /秒で345MPa、29%である。この値は押出方向と平行または直角に試験しても同等である。

【0043】比較材として同一合金の通常の押出材の特性を示す。押出温度は350℃、押出比100、押出速度(ラム速度)5mm/秒で行った。この押出材の光学顕微鏡による組織を図5に示す。図5に示すように押出材の平均結晶粒径は15μmであった。X線回折の結果は図6(ロ)に示すように、押出方向と平行に(0001)面が優先的に強く配向しており、直角方向には(0001)面のピークはほとんど見られない。この材料の機械的性質は押出方向と平行に引っ張ると歪み速度 10^{-3} /秒で270MPa、伸び25%、歪み速度 10^3 /秒で330MPa、伸び22%であった。ただし、押出方向と直角の静的引っ張り強度は230MPa、伸び27%、衝撃的引っ張りでは270MPa、30%であった。

【0044】このように、側方押出材は押出方向と平行に引っ張った押出材と比較しても、強度、伸び共に著しく高い値を示している。しかも押出材は押出方向と直角方向に試験すると伸びは改善されるが著しく強度を落とす。この結果は側方押出による結晶微細化と加工組織の結晶方位の制御が大きく寄与していることが分かる。しかもこの等方的な機械的特性は2次元または3次元的な変形が要求される、押出鍛造用素材、あるいは衝突などの衝撃を吸収するエネルギー吸収用部材として必要な特性である。

【0045】実施例2

実施例1で製造した材料特性の内伸び、衝撃特性を更に改善するため、同材料を300℃で24時間の熱処理を

加え機械的性質を測定した結果、平均結晶粒径は15μmと押出材並に結晶が成長するものの、結晶配向は変化せず、静的強度は290MPa、伸びは45%であり、強度は押出材並で伸びが側方押出材の1.7倍、押出材の2倍まで増加した。この熱処理材の伸びの値と引っ張り試験時の歪み速度との関係を図7に示す。

【0046】図7に示すように、鍛造材、押出材、側方押出材の順で伸びが増加し、側方押出材の熱処理材は大幅に改善され、押出材の2倍もしくはそれ以上に改善されることが分かった。特に注目されることは側方押出材の伸びは歪み速度が増加すると共に増大し、これは従来のマグネシウム合金には見られない現象であり、加工組織、特に集合組織の最適な配向制御が伸びの増大に大きく寄与していることである。 10^3 /秒の歪み速度は一般に自動車の衝突時に要求される変形速度に相当し、これらの伸び(変形能)を利用して、材料が例えば自動車のフロントメンバーやサイドインパクトビームなど衝突時に連続的に蛇腹状に変形して衝突エネルギーを吸収、緩和する衝撃エネルギー吸収用材料として有効であることを示している。

【0047】実施例3

マグネシウム合金ZK60合金(Mg-6Zn-0.6Zr,wt%)の鍛造材をφ32×200(mm)のピレットに調整し、概念的に図2に示した装置にて角形パイプを押出した。

【0048】押出温度は400℃、型材外形60×60(mm)でコーナー部半径5mm、肉厚5mm、押出比3.5、押出速度(ラム速度)0.5mm/秒である。押出材料は図2の剪断面1で押出方向から90°側方に向かって押し出され、更に剪断面2で再び押出方向へ90°方向を変換し、計2回の剪断変形(相当伸び900%)を受け、同時に押出の断面減少によって伸び350%の変形を受けているため、合計1250%の変形を受ける。その他にφ32のピレット外形から型材外接円φ35までの展開によって、押出方向と直角方向に変形を受けている。

【0049】この材料を実施例1と同様に組織観察した結果、均一な等軸晶からなり平均結晶粒径は15μm、集合組織の方位は押出方向に対してhcp(0001)面が45°方向に優先的に配向しており、押出方向と平行、直角方向とも同等の配向であった。機械的性質は歪み速度 10^{-3} /秒で引っ張り強度320MPa、伸び40%であり、押出方向、直角方向とも同等であった。実施例1と同様、比較のため、同合金の押出材(押出温度350℃、押出比100、押出速度5mm/秒)の特性を調べた。平均結晶粒径は15μm、結晶配向は押出方向に平行にhcp(0001)面が平行に配向、押出方向の強度は歪み速度 10^{-3} /秒で320MPa、伸び22%、直角方向の強度は220MPa、伸び23%であった。

【0050】このように側方押出と押出を組み合わせ、図2に概念的に示した方法は押出材並の機械的強度を持ちながら、伸びを大幅に改善できる方法として有用である。しかも、一工程で最終形状を得ることができ、側方押出または側方押出+熱処理という複雑で多工程を要する方法に比し、低コストな方法としても有効である。

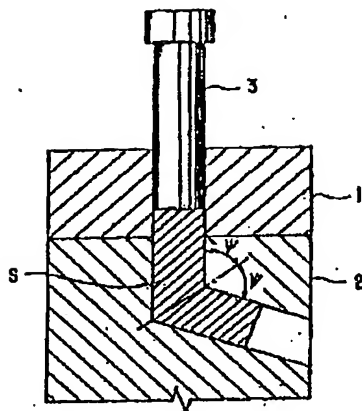
【0051】

【発明の効果】本発明によれば、マグネシウム合金のように室温における延性、加工性、衝撃延性が低いなどの理由により展伸材特に押出形材としての実用化が遅れている合金材料を機械的性質及び衝撃延性に優れた合金とすることができる。

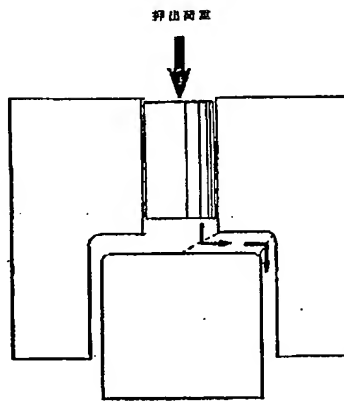
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明において、合金素材に側方押出によって

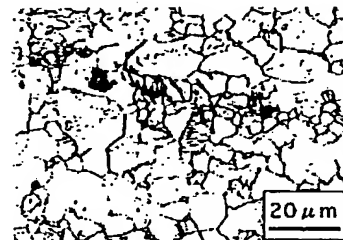
【図1】



【図2】



【図5】



粒径：20μm程度

【図3】

加工熱処理前



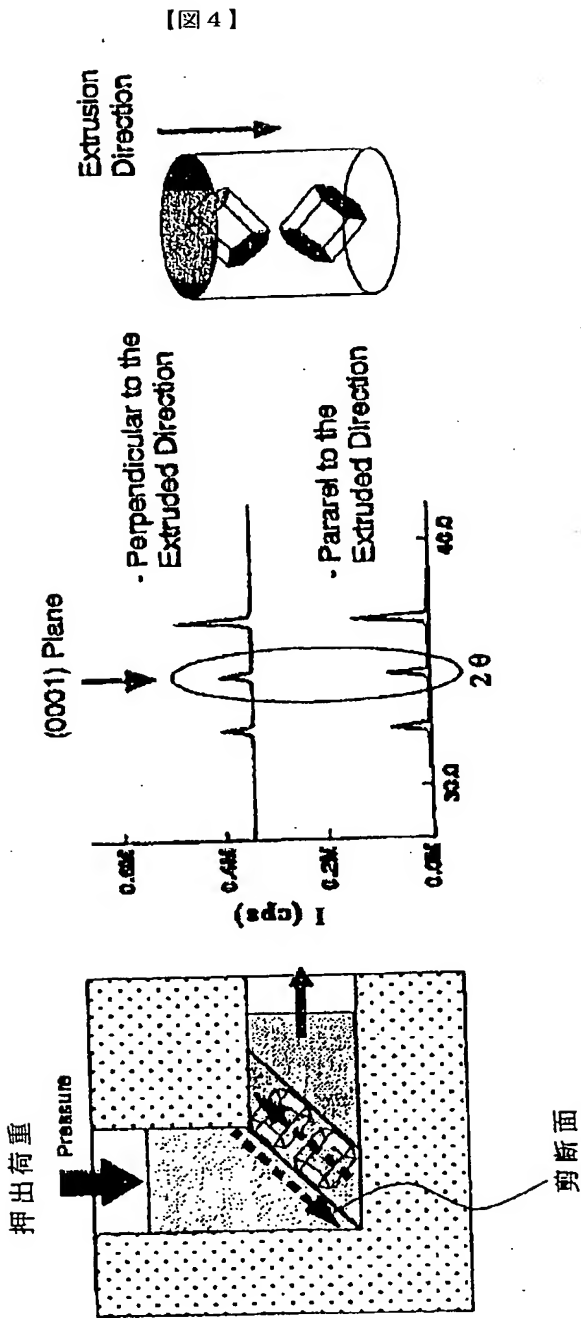
ECAEプロセス後



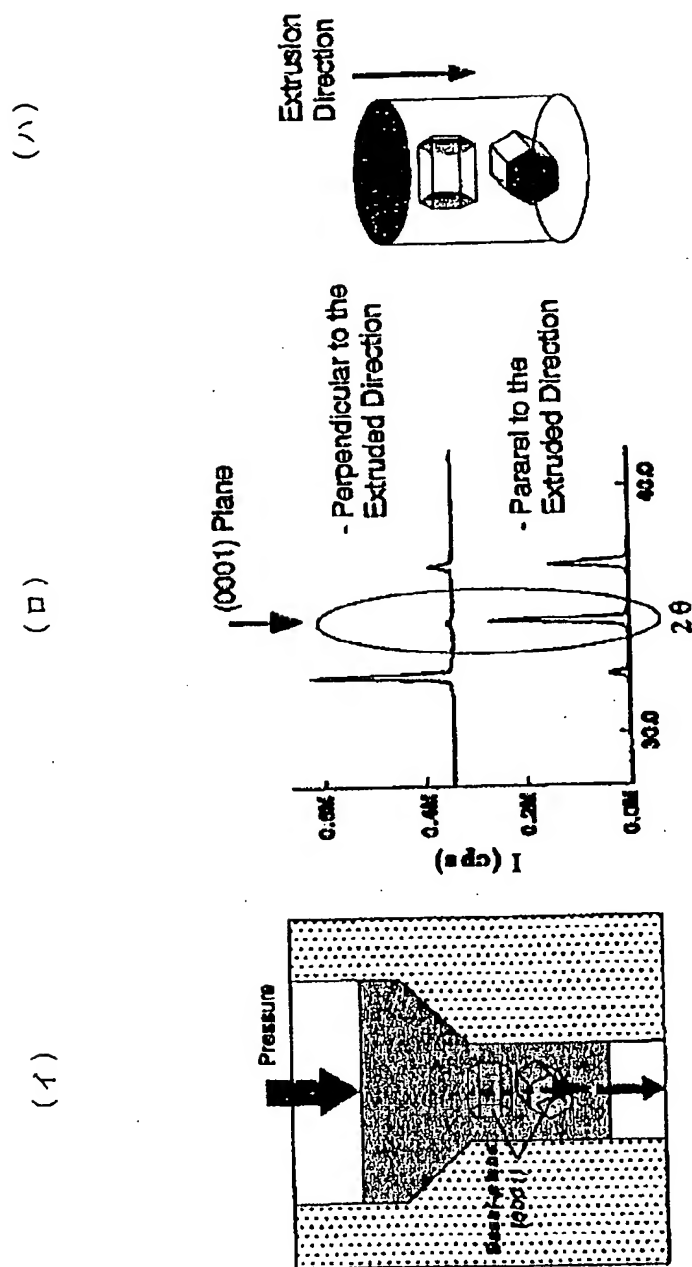
(ハ)

(ロ)

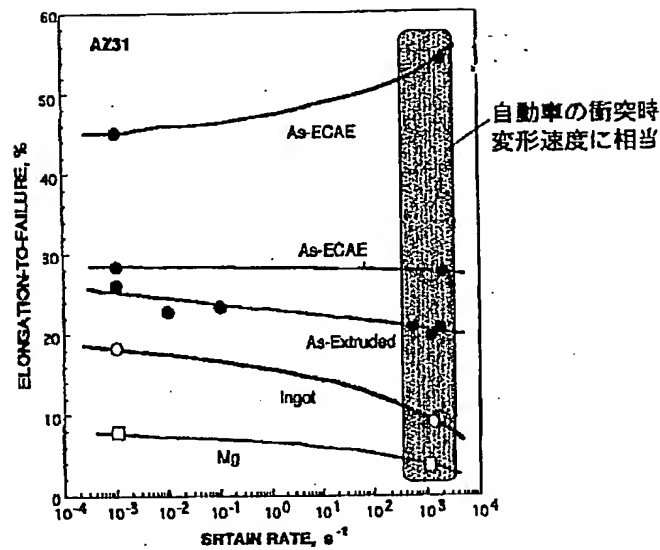
(イ)



【図6】



【図 7】



フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁷

// B 2 1 J 5/06

C 2 2 F 1/00

識別記号

F I

B 2 1 J 5/06

C 2 2 F 1/00

テーマコード(参考)

B

A

6 0 4

6 1 2

6 3 0

6 8 3

6 9 1

6 9 4

6 0 4

6 1 2

6 3 0 A

6 3 0 B

6 3 0 K

6 8 3

6 9 1 B

6 9 1 C

6 9 4 A

6 9 4 B

F ターム(参考) 4E029 AA07 AC01

4E087 CA22

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☒ FADED TEXT OR DRAWING

☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.